

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:
Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Josip Tadić

Zagreb, 2013



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum 13-09-2013	Prilog
Klasa: 602-04/13-6/4	
Ur.broj: 15-1703-13-353	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **JOSIP TADIĆ**

Mat. br.: 0035174135

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **MJERENJE DEBLJINE SLOJEVA POMOĆU UREĐAJA CTG-200**

Naslov rada na engleskom jeziku: **THICKNESS MEASUREMENT USING A DEVICE CTG-200**

Opis zadatka:

Kontrolu debljine različitih ne magnetskih slojeva na površini komada nije moguće provoditi bezrazornim metodama bez odgovarajućih mjernih uređaja. Postoje različiti uređaji različitih proizvođača za mjerenje debljine slojeva koji rade na različitim fizikalnim principima. Jedan od uređaja koji je već dugo u primjeni je i uređaj CTG-200 koji radi na principu mjerenja elektromagnetnih veličina prema DIN EN ISO 2178. U Laboratoriju za toplinsku obradu i inženjerstvo površina nabavljen je takav uređaj koji do sada nije korišten u radu.

U tijeku rada potrebno je opisati metode mjerenja debljine slojeva. Iz uputa proizvođača proučiti princip rada uređaja za mjerenje debljine slojeva.

U eksperimentalnom dijelu rada na uzorcima različitih slojeva potrebno je provesti mjerenje debljine slojeva te pripremiti proceduru za kalibriranje uređaja za različite slojeve.

Zadatak zadan:

16. studenog 2012.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Rok predaje rada:

1. rok: 15. veljače 2013.

2. rok: 11. srpnja 2013.

3. rok: 13. rujna 2013.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 27., 28. veljače i 1. ožujka 2013.

2. rok: 15., 16. i 17. srpnja 2013.

3. rok: 18., 19., i 20. rujna 2013.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Zoran Kunica

Sažetak

U teorijskom dijelu rada opisane su metode mjerenja debljine slojeva a detaljno su opisane magnetska metoda i metoda vrtložnih struja, njihova osnovna načela, područje primjene i utjecajni čimbenici.

U eksperimentalnom dijelu rada obavljena je procedura kalibracije instrumenata i provedena su usporedbeno mjerenja navedenih dviju metoda sa dva različita uređaja, CTG-200C i Elcometer 456/4. Mjerenja magnetskom metodom provedena su na čeličnim pločama, na kojima su naneseni organski premazi u jednom i u dva sloja (150 μm , 250 μm). Mjerenja metodom vrtložnih struja provedena su na aluminijskim profilima, na koje su također naneseni jednoslojni organski premazi (100 μm).

Sadržaj

1. UVOD	1
2. DEBLJINA SLOJA.....	2
2.1. Vrste slojeva.....	2
2.2. Metode za mjerenje debljine slojeva	4
2.2.1. Razorni postupci mjerenja debljine sloja	6
2.2.1.1. Profilometrijsko mjerenje debljine sloja.....	7
2.2.1.2. Mjerenje debljine sloja mjernim satovima.....	7
2.2.1.3. Mjerenje debljine sloja spektroskopom.....	7
2.2.1.4. Mjerenje debljine kalometrom	8
2.2.1.5. Interferencijsko mjerenje debljine sloja	8
2.2.1.6. Mjerenje debljine sloja utiskivanjem kalote	8
2.2.1.7. Mikroskopske metode	9
2.2.2. Nerazorni postupci mjerenja debljine sloja	9
2.2.2.1. Metoda povratne disperzije β -zraka	10
2.2.2.2. Metoda rendgenske fluorescencije	10
2.2.2.3. Kapacitivna metoda.....	10
2.2.2.4. Nerazorne optičke metode	11
2.2.2.5. Magnetska metoda	11
2.2.2.5.1. Magnetski pull-off princip.....	12
2.2.2.5.2. Princip elektromagnetske indukcije	13
2.2.2.6. Metoda vrtložnih struja.....	15
2.2.2.6.1. Osnovni principi metode vrtložnih struja	15
3. EKSPERIMENTALNI DIO	19
3.1. Mjerenje debljine prevlake magnetskom metodom.....	22
3.1.1. Plan mjerenja	22
3.1.2. Kalibracija instrumenata	24
3.1.3. Rezultati mjerenja	25
3.2. Mjerenje debljine prevlake metodom vrtložnih struja	27
3.2.1. Plan mjerenja	27
3.2.2. Kalibracija instrumenata	29
3.2.3. Rezultati mjerenja	29
4. ZAKLJUČAK.....	31
LITERATURA.....	32

Popis slika

Slika 1. Magnetski pull-off u obliku olovke [3].....	12
Slika 2. Roll-back magnetski uređaj za mjerenje debljine prevlake [3]	13
Slika 3. Princip mjerenja debljine prevlake magnetskom metodom [3].....	14
Slika 4. Osnovni princip metode vrtložnih struja [3]	16
Slika 5. Uređaj CTG-200C	19
Slika 6. Uređaj Elcometer 456/4	21
Slika 7. Ploča broj 1	22
Slika 8. Ploča broj 5.....	23
Slika 9. Etalonski listići	25
Slika 10. Profil broj 1	27
Slika 11. Profil broj 2	28

Popis tablica

Tablica I: Podjela najčešće korištenih podloga [1]	4
Tablica II: Izbor mjerača debljine prevlake [1].....	5
Tablica III: Specifikacije urađaja CTG-200C.....	20
Tablica IV: Korištene debljine etalonskih listića za čelične ploče.....	24
Tablica V: Rezultati mjerenja uređajem CTG-200C.....	26
Tablica VI: Rezultati mjerenja uređajem Elcometer 456/4	26
Tablica VII: Korištene debljine etalonskih listića za aluminijske profile profile	28
Tablica VIII: Rezultati mjerenja uređajem CTG-200C.....	29
Tablica IX: Rezultati mjerenja uređajem Elcometer 456/4	30

Popis korištenih oznaka

Oznaka	Veličina	Jedinica
C	- kapacitet	F
d	- debljina prevlake	mm
d	- promjer zavojnice sonde	mm
d_{max}	- maksimalna mjerljiva debljina	mm
d_{min}	- najmanja kritična debljina	mm
D	- debljina stjenke	mm
f	- frekvencija	Hz
G	- vodljivost	S
I	- jakost struje	A
n	- faktor ispunjenja	-
R	- otpor	Ω
s	- procijenjena standardna devijacija	μm
U	- napon	V
\bar{x}	- aritmetička sredina	μm
δ_0	- standardna dubina penetracije	mm
ε_0	- dielektrična konstanta vakuma	F/m
ε_r	- relativna dielektričnost prevlake	-
μ_r	- relativna permeabilnost	-
σ	- električna provodnost vodiča	S/m

Izjava

Izjavljujem da sam završni rad izradio samostalno, znanjem stečenim na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu uz pomoć prof.dr.sc. Božidara Matijevića kojemu se ovim putem zahvaljujem, te literaturom navedenom u popisu.

Ovim putem želio bih se zahvaliti gosp. Ivanu Stojanoviću, dipl.ing.stroj., koji mi je omogućio izradu završnog rada u prostorijama Katedre za zaštitu materijala, na bezuvjetnoj pomoći u svakom trenutku izrade ovog rada.

Također zahvalu upućujem svim profesorima, kolegama i prijateljima na višegodišnjoj potpori tijekom studija.

U Zagrebu, rujan 2013.

1. UVOD

Kontrola kvalitete prevlake redovito se temelji na zapažanjima prilikom vizualnog pregleda i na rezultatima mjerenja debljine prevlake. Praktično iskustvo ukazuje na povezanost izgleda i debljine prevlake s jedne strane i njegovog vijeka trajanja, kao najvažnije tehničke karakteristike, s druge strane. Kontrolno ispitivanje provodi se nakon nanošenja prevlake i za vrijeme eksploatacije konstrukcijskog dijela, a zatim se ocjenjuje kvaliteta prevlake u skladu sa standardima, internim normama ili ugovornim obvezama prema naručitelju. Uređaji za mjerenje debljine prevlaka koriste različita fizikalna načela za mjerenje debljine prevlake ovisno o tome na kakvoj je osnovnoj podlozi prevlaka nanešena.

U okviru ovog rada opisane su dvije metode mjerenja debljine prevlake, magnetska metoda i metoda vrtložnih struja, na principu kojih funkcionira uređaj CTG-200C. Također, provesti će se usporedbeno mjerenje prevlaka sa dva različita uređaja, CTG-200C i Elcometer 456/4.

2. DEBLJINA SLOJA

Poznavanje debljine sloja je neophodan preduvjet da bi garantirali tražena funkcionalna svojstva tankih slojeva. S mjerenjem debljine sloja se ispituje potrebna homogenost, odnosno tražena najmanja vrijednost na ispitivanom mjestu. U mnogobrojnim slučajevima debljina sloja se prikazuje kao veličina kvalitete sloja, npr. u slučaju prevlačenja radi zaštite od korozije i trošenja. Daljnji razlog za ispitivanje debljine sloja leži u traženju točnih mjera prevučenog dijela, te uklanjanja nepotrebnog povećanja debljine, što bi vodilo k poskupljenju materijala i procesa izrade.

Pri mjerenju debljine sloja mora se točno dogovoriti o vrsti i mjestu, te broju mjerenja kao i eventualno gornjoj i donjoj granici tolerancija. Prema DIN 50982 dio 1-3 i ISO 3882 [8] definira se stanje površinskog područja površine na kojoj je sloj, odnosno sustav sloja, te opisuje svojstva i posebno pokazuje propisane debljine sloja.

2.1. Vrste slojeva

Svrha zaštitnih slojeva (prevlaka i premaza) je da dovoljno dugo štite konstrukcijski materijal, na koji su naneseni, od štetnih utjecaja okoline (trošenja korozijom, abrazijom, erozijom ili kavitacijom, od pojava zamora, pukotina, loma i puzanja, od bubrenja i izluživanja, razaranja biološkim čimbenicima, oštećivanja svjetlošću ili radijacijom, itd). Zaštitna funkcija slojeva ostvaruje se prvenstveno odvajanjem materijala podloge od okoline, pa oni sami moraju biti dovoljno postojani i trajni u uvjetima eksploatacije. Stoga je najvažnije tehničko svojstvo prevlaka i premaza njihov vijek trajanja, a iskustvo pokazuje da je ono usko povezano s njihovom debljinom. Mnogim prevlakama osnovna svrha nije zaštita materijala, već poboljšanje estetskog izgleda (dekorativne prevlake) ili promjena električnih, toplinskih, optičkih i drugih svojstava površine konstrukcije (funkcionalne prevlake). Neke se prevlake i premazi primjenjuju u svrhu popravka pohabanih ili škartnih dijelova povećanjem dimenzija do propisanih vrijednosti (reparaturne prevlake). Treba naglasiti da je i za te prevlake vrlo značajna njihova trajnost, pa prema tome i zaštitna uloga, budući da bi bez nje svi ostali korisni efekti nanošenja prevlaka i premaza bili kratkog vijeka [1].

Prevlake, za zaštitu od korozije, mogu se podijeliti na:

Metalne prevlake

- plemenite prevlake (katodne)
- žrtvovane prevlake (anodne)

Plemenite prevlake su prevlake metala čiji je elektrodni potencijal u promatranim uvjetima pozitivniji od elektrodnog potencijala metala koji se zaštićuje. Ovdje ubrajamo npr. prevlake od nikla, srebra, bakra, olova i kroma na čeliku.

Prevlake metala čiji je elektrodni potencijal u promatranoj sredini negativniji od elektrodnog potencijala metala koji se zaštićuje, nazivaju se žrtvovane prevlake. To su npr. prevlake Zn, Cd, Al na čeliku.

Konverzijske prevlake

Konverzijske prevlake nastaju na površini metala uslijed kemijskih ili elektrokemijskih reakcija. Najčešće su to fosfatne i oksidne prevlake. U otopini koja sadrži metalne fosfate i fosforu kiselinu, metal korodira stvarajući netopljive fosfate, kao i korozijske produkte koji čvrsto prijanjaju uz metal i tako ga štite od korozije. Oksidne prevlake na metalima mogu nastati kontroliranom oksidacijom, uranjanjem u odgovarajuće otopine (npr. lužine), te elektrokemijski – anodnom oksidacijom (npr. kod aluminijske). Prilikom nastajanja oksidnih prevlaka metal se prevodi iz aktivnog u pasivno stanje. Metali posjeduju povećanu kemijsku otpornost sve dok konverzijske prevlake održavaju metal u pasivnom stanju, tj. dok je manja površina metala u kontaktu s elektrolitom.

Nemetalne prevlake

Od nemetalnih prevlaka za zaštitu metala od korozije najviše se koriste organske prevlake na bazi polimera, tzv. premazi. Nemetalne prevlake mogu još biti metalni oksidi i keramike [1].

2.2. Metode za mjerenje debljine slojeva

Mjerenje debljine sloja može biti provedeno na više različitih načina. Pri izboru metode treba voditi računa o tome da svaka metoda daje dovoljno točne rezultate samo u određenom intervalu, koji se može ustanoviti eksperimentalno, a često ga navode i proizvođači mjernih uređaja.

Postoje brojne metode za ispitivanje debljine slojeva, a izbor ovisi o:

- lokaciji (laboratorij ili teren),
- materijalu na koji se sloj nanosi – metal (magnetični ili nemagnetični), drvo, žbuka, cigla i plastika,
- uvjetima premazivanja (suhi ili vlažni),
- stanju površine (gruba ili glatka, ravna ili oblikovana, debela ili tanka, itd.)

Mjerači debljine najčešće mjere debljinu sloja na metalnoj površini koja se premazivanjem zaštićuje od korozije. Za magnetske podloge, čelične i od lijevanog željeza, mjerači se baziraju na magnetskim svojstvima. Za nemagnetske podloge, kao što su aluminij i mjed, koriste se električni mjerači. Prvi korak pri izboru mjerača je odrediti koja će se podloga ispitivati, a zatim je klasificirati u magnetske ili nemagnetske. Tablica I. prikazuje primjere najčešće korištenih metalnih podloga i njihovu klasifikaciju [3].

Tablica I: Podjela najčešće korištenih podloga [1]

Najčešći tipovi metalnih podloga	
Feromagnetske metalne podloge	Neferomagnetske metalne podloge
Čelik	Aluminij
Lijevano željezo	Bakar
Blago prekaljeni čelik	Cink
Feromagnetski korozijski postojani čelik	Neferomagnetski korozijski postojani čelik

Mjerači debljine sloja tvornički su označeni s oznakom F za feromagnetske metalne podloge i s N ili NF za neferomagnetske metalne podloge. Također postoje i kombinirani mjerači označeni s oznakom F/N ili F/NF koji automatski prepoznaju tip podloge i prilagođavaju joj metodu mjerenja.

U praksi se često kao pomoć pri izboru mjerača debljine koristi tablica II koja prikazuje mogućnosti mjerenja pomoću različitih mjerača. U svakom slučaju, mora postojati fizička razlika između svojstava podloge i sloja, npr. feromagnetska podloga s neferomagnetskom prevlakom i vodljiva podloga s nevodljivom prevlakom.

Tablica II: Izbor mjerača debljine prevlake [1]

	PODLOGA									
PREMAZ	Aluminij	Mjed	Bronca	Bakar	Čelik	Magnezij	Nehrđajući čelik	Titan	Uran	Cink
Aluminij					F					
Anodizacija	N					N				
Mjed					F					
Bronca					F					
Kadmij					F					
Keramika					F					
Krom (tvrdi)	N?			N?	F					
Krom (dekorativan)										
Bakar					F					
Eloxal	N									
Epoksid	N	N	N	N	F		N	N		N
Galvanizacija					F					
Lakiranje	N	N	N	N	F		N			N
Molidben disulfid					F		N			
Boja	N	N	N	N	F	N	N	N	N	N
Plastika	N	N	N	N	F	N	N	N	N	N
Platiniranje					F					
Gumiranje	N	N	N	N	F				N	
Nehrđajući čelik										
Kositar					F					
Cink					F					
N: koristi mjerače za nemagnetične metalne podloge F: koristi mjerače za magnetične metalne podloge ?: posebni uzorci potrebni za kalibraciju										

Za mjerenje debljine tankih slojeva postoji veliki broj tehnički primjenjivih postupaka, koji su najčešće normirani. Sve postupke mjerenja debljine slojeva moguće je podjeliti na:

1. Razorni postupci:

- Mehanički postupci:
 - profilometrija,
 - mjerni satovi.
- Kemijski postupci:
 - analitički postupci (gravimetrija, spektroskopija),
 - elektrokemijski postupci (kalometrija).
- Optički postupci:
 - interferencija,
 - utiskivanje kalote.

2. Nerazorni postupci:

- Radiometrijski postupci:
 - metoda rendgenske fluorescencije,
 - metoda povratne disperzije β -zraka.
- Elektromagnetski postupci:
 - magnetska metoda (MT),
 - metoda vrtložnim strujama (EC).
- Kapacitivna metoda
- Optičke metode

2.2.1. Razorni postupci mjerenja debljine sloja

Kod razornih metoda dolazi do fizičkog uništenja uzorka, te je postupak dugotrajniji i skuplji. Zbog toga se u operativnoj kontroli i mjerenju češće koriste nerazorne metode, koje omogućavaju dobivanje brze informacije s vrlo jednostavnim postupkom mjerenja [3].

2.2.1.1. Profilometrijsko mjerenje debljine sloja

Mjerenje debljine sloja profilometrijskim postupkom (ISO 4518 i DIN V ENV 1071) zasnovano je na mjerenju visine stupnja oslojenog i neoslojenog dijela profilometrom [8].

Da bi proizveli stupnjeve, dio podloge mora ostati neoslojen. To se postiže parcijalnim oslojavanjem podloge tijekom postupka nanošenja npr. prekrivanjem određenog mjesta pločom ili grebanjem, spoja sloj-podloga, odnošenjem sloja s površine osnovnog materijala.

2.2.1.2. Mjerenje debljine sloja mjernim satovima

Kod mjerenja razlike debljina s ticalom (DIN 50 933) prema principu mjernog sata, mjeri se razlika visine površine sloja i na istom mjestu poslije odnošenja sloja, visina osnovnog materijala [8].

Ovaj postupak se primjenjuje za slojeve ispod 20 μm debljine s netočnošću mjerenja od $\pm 3.6 \mu\text{m}$

2.2.1.3. Mjerenje debljine sloja spektroskopom

Materijal sloja na određenoj površini se odnosi i ispitivanje sustava se određuje pomoću spektroskopa. Kod ovog spektroanalitičkog postupka mjeri se slabljenje spektralnog zračenja, analizirajući elemente putem ispitivanja sastava u plamenu rasprskane, koji elementi sadrže. Putem uspoređivanja sa standardnim rješenjem poznate koncentracije, može se odrediti analitički sastav. Uz pomoć poznate gustoće sloja moguće je izračunati debljinu sloja.

2.2.1.4. Mjerenje debljine kalometrom

Kod ovog postupka određivanja debljine sloja (DIN 50 955) materijal sloja se na određenim mjestima, odgovarajućim elektrolitom pri konstantnoj struji, anodno odnosi. Krajnja točka odnošenja se odredi s promjenom potencijala ćelije. Iz trajanja odnošenja moguće je odrediti, prema Faradejevom zakonu, debljinu sloja, pri čemu je trajanje odnošenja linearno vremenu [8].

2.2.1.5. Interferencijsko mjerenje debljine sloja

Kod interferencijskog mjerenja debljine sloja (ISO 3868) radi se o optičkoj metodi sa superponiranjem monokromatske svjetlosti na stupnju prevlake. Stupanj prevlake ostvaruje se putem parcijalnog prevlačenja površine tokom nanošenja sloja ili putem kemijskog i elektrokemijskog odnošenja sloja.

Pri superponiranju svjetlosti na interferencijskom mikroskopu nastaju trake s razmakom polovine valne duljine svjetlosti.

Ovaj postupak se osobito primjenjuje za tanke slojeve, pri čemu je maksimalno moguća izmjeriva debljina sloja 3 μm .

2.2.1.6. Mjerenje debljine sloja utiskivanjem kalote

Kod ovog postupka kalota se utiskuje kuglom kroz sloj do osnovnog materijala. Postupak ispitivanje provodi se općenito s čeličnom kuglom definiranog promjera, navlaženom s alkoholom rastopljenom dijamantnom suspenzijom.

Na jednoslojno prevučenim materijalima nastaje uzorak iz dva koncentrična kruga, i to na gornjoj površini (D) i graničnoj površini (d), između sloja i podloge [8].

Mjerni kriterij je razlika promjera krugova.

2.2.1.7. Mikroskopske metode

Kod upotrebe mikroskopa za mjerenje debljine slojeva, pripremi se presjek uzorka, a debljina sloja mjeri se pomoću mjerne skale u okularu mikroskopa. Postoje različite metode mjerenja debljine suhog filma pomoću mikroskopa:

- Kod Brighweelove metode, na filmu se napravi mala brazda ili se otkine mala krhotina. Snop svjetla projecira se na odabranu površinu pod kutom od 45° . Lom zrake svjetlosti se ispituje mikroskopom koji ima mikrometar u vidnom području okulara. Aparatura za ovu metodu dostupna je u obliku Schmaltz optičkog analizatora površine.
- Kod Stopped metode, na uzorku se oštrim nožem napravi rez, a zatim se mikroskopom fokusiraju naizmjenice gornji i donji rubovi reza. Debljina filma računa se pomoću vertikalnih podešavanja mikroskopa [5].

2.2.2. Nerazorni postupci mjerenja debljine sloja

Nerazorni postupci ili metode određivanja debljine sloja temelje se na razlikama fizikalnih svojstava sloja i podloge, a dijele se na:

- magnetske metode (MT),
- metodu vrtložnih struja (EC),
- metodu povratne disperzije β -zraka,
- metodu rendgenske fluorescencije,
- kapacitivnu metodu,
- optičke i druge metode [3].

2.2.2.1. Metoda povratne disperzije β -zraka

Metoda povratne disperzije β -zraka služi za mjerenje debljine slojeva na temelju ovisnosti refleksije tih zraka (tj. mlaza elektrona) od nekog materijala o rednom (atomskom) broju njegovih atoma. Elektroni se pri refleksiji odbijaju u različitim smjerovima pa se ta pojava naziva povratnom disperzijom.

2.2.2.2. Metoda rendgenske fluorescencije

Metoda rendgenske fluorescencije služi za kontrolu gotovo svih kombinacija sloj/podloga, a temelji se na izlaganju uzorka X-zrakama, što izaziva sekundarno zračenje s valnom duljinom ovisnom o rednom broju prisutnih atoma. Kako X-zrake prodiru kroz film i jednim dijelom kroz podlogu, u spektru fluorescentnog zračenja biti će valnih duljina karakterističnih za oba materijala. Što je debljina filma veća, intenzitet njene fluorescencije je veći, a intenzitet fluorescencije podloge manji. Maksimalne mjerljive debljine iznose obično od 8 do 80 μm , ali je donja granica mjerljivosti čak 0.02 μm .

2.2.2.3. Kapacitivna metoda

Kapacitivna metoda može poslužiti za mjerenje debljine nevodljivih prevlaka s poznatom dielektričnošću na vodljivim (obično metalnim) podlogama. [5] Mjeri se kapacitet kondenzatora C koji čini uzorak s prevlakom i prislonjenom metalnom pločicom površine S . Tada je debljina prevlake prema jednadžbi 2.1:

$$d = \frac{\varepsilon_r \varepsilon_0 S}{C} \quad (1)$$

gdje je:

ε_r – relativna dielektričnost prevlake,

$\varepsilon_0 = 8,85 \times 10^{-12}$ F/m – dielektrična konstanta vakuma,

C – izmjereni kapacitet.

2.2.2.4. Nerazorne optičke metode

Nerazorne optičke metode koriste se za kontrolu debljine prozirnih slojeva, pri čemu se mjeri:

- pomak optičkog sustava mikroskopa kada se slika fokusira na površinu sloja (obično označene mekom olovkom), odnosno podloge,
- razmak između brazda nastalih izlaganjem uzorka monokromatskom svjetlu poznate valne duljine, tj. interferencijom zraka odbijenih od površine sloja sa zrakama odbijenim od podloge,
- razmak između dviju interferencijskih brazda nastalih iz zrake što pod kutom od 45° pada na uzorak dajući zraku koja se odbija od sloja i zraku koja se odbija od podloge (metoda svjetlosnog presjeka),
- promjena ponašanja polariziranog svjetla pri refleksiji od osvijetljenog uzorka na kojem se nalazi prozirni sloj (elipsometrija),
- intenzivnost refleksije svjetla s obojenog uzorka anodiziranog aluminija (fotoelektrički postupak mjerenja dubine nijanse).

Značajka optičkih metoda je usko ograničena primjenjivost.

2.2.2.5. Magnetska metoda

Metoda magnetske indukcije (MT) koristi se za mjerenje debljine neferomagnetske prevlake na feromagnetskim podlogama. Metoda je izravna, tj. vrh sonde dodiruje dio koji se mjeri. Kada je sonda pozicionirana, mjeri se linearna udaljenost između vrha sonde koja dodiruje kontaktnu površinu i osnovnog metala. Instrumenti za mjerenje debljine prevlake magnetskom metodom mjere silu magnetske privlačnosti između permanentnog magneta i

osnovnog metala, na koji je prevlaka nanescena ili magnetskog otpora koji se javlja pri prolasku kroz prevlaku i osnovni metal. Postoje dva principa mjerenja magnetskom metodom, pull-off princip i princip elektromagnetske indukcije.

2.2.2.5.1. Magnetski pull-off princip

Uređaji koji mjere na pull-off principu koriste permanentan magnet, kalibriranu oprugu i pripadajuću mjernu skalu. Sila privlačnosti između magneta i podloge je veća što je prevlaka tanja, odnosno ta sila privlačnosti je slabija što je prevlaka deblja. Debljina prevlake tako se utvrđuje mjerenjem potrebne sile da se uređaj odvoji od podloge. Magnetski pull-off uređaji su u obliku olovke (pencil-type) i osmišljeni su za rad u jednoj ili dvije pozicije, relativno su jeftini, jednostavni, a primjenjuju se tamo gdje je potrebna brza kontrola tijekom proizvodnje (**slika 1.**). Preciznost takvih uređaja iznosi $\pm 10\%$ [3].



Slika 1. Magnetski pull-off u obliku olovke [3]

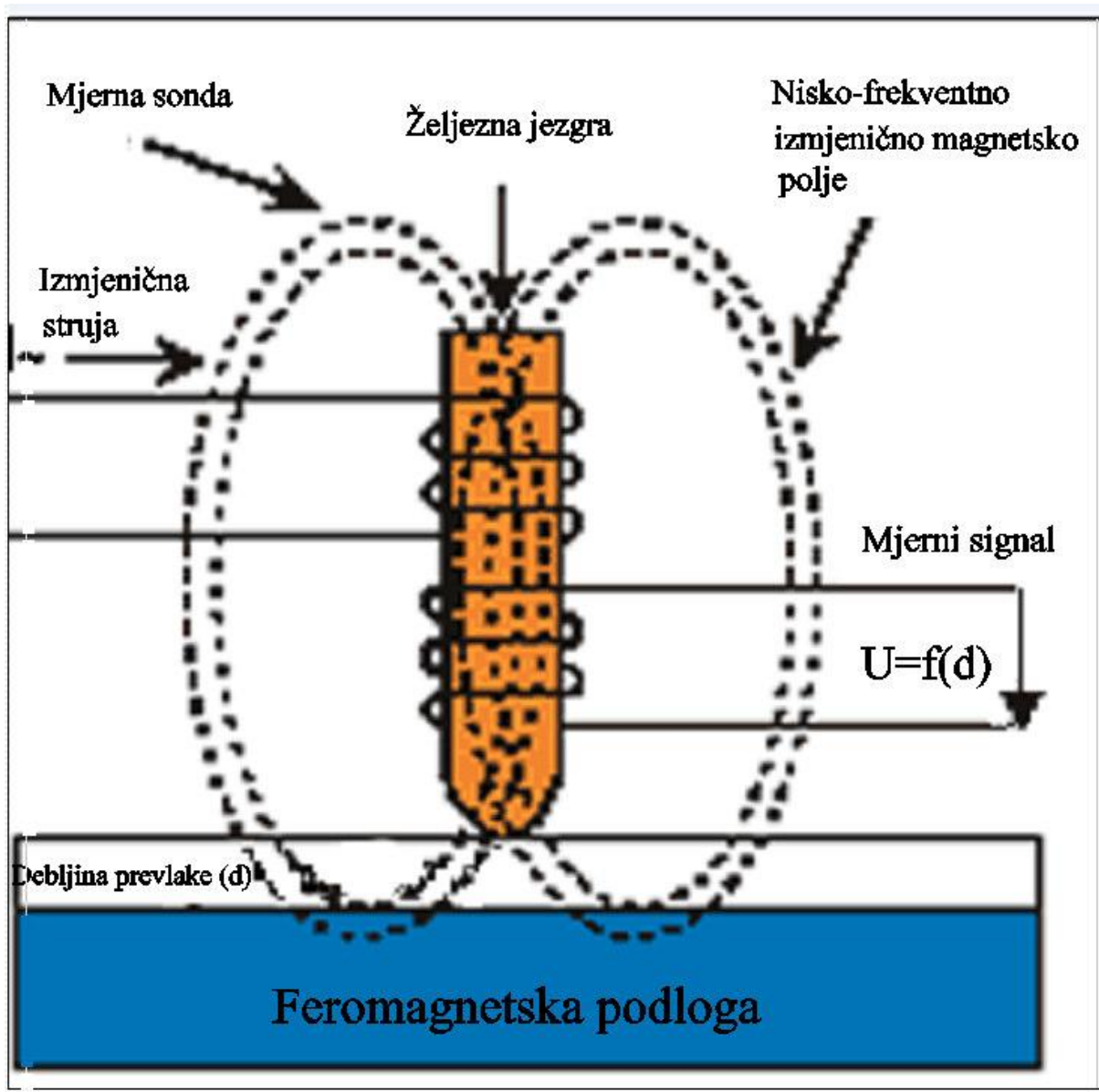
Roll-back modeli (**slika 2.**) mogu mjeriti u bilo kojem položaju, precizniji su od uređaja u obliku olovke, a preciznost takvih uređaja iznosi $\pm 5\%$.



Slika 2. Roll-back magnetski uređaj za mjerenje debljine prevlake [3]

2.2.2.5.2. Princip elektromagnetske indukcije

Uređaji koji rade na principu elektromagnetske indukcije koriste izmjenično magnetsko polje. Sonda takvih uređaja građena je od željezne jezgre i dvije zavojnice. Primarna zavojnica priključena je na izvor struje i stvara magnetsko polje. Kada se sonda približava podlozi na koju je nanescena prevlaka, dolazi do promjene gustoće magnetskog polja u tom području. Ta promjena magnetske indukcije mjeri se pomoću sekundarne zavojnice, kako je prikazano na **slici 3**. Izlazni signal sekundarne zavojnice pretvara se pomoću mikroprocesora, tako da se dobije digitalni prikaz vrijednosti debljine prevlake [3].



Slika 3. Princip mjerenja debljine prevlake magnetskom metodom [3]

Suvremeniji instrumenti za mjerenje imaju mogućnost pohranjivanja i obrađivanja podataka, izračunavanja statističkih podataka kao što su prosječna vrijednost, standardna devijacija, maksimalna i minimalna vrijednost, broj mjerenja, prikaz rasipanja podataka po normalnoj razdiobi, prikaz raznih histograma, itd. Preciznost takvih uređaja je $\pm 1\%$.

Prednosti magnetske metode u odnosu na neke druge metode mjerenja su relativno velika brzina mjerenja (rezultati mjerenja odmah se vide na digitalnom zaslonu), nerazaranje materijala koji se mjere, relativno jeftina metoda, jednostavna za rad, itd.

2.2.2.6. Metoda vrtložnih struja

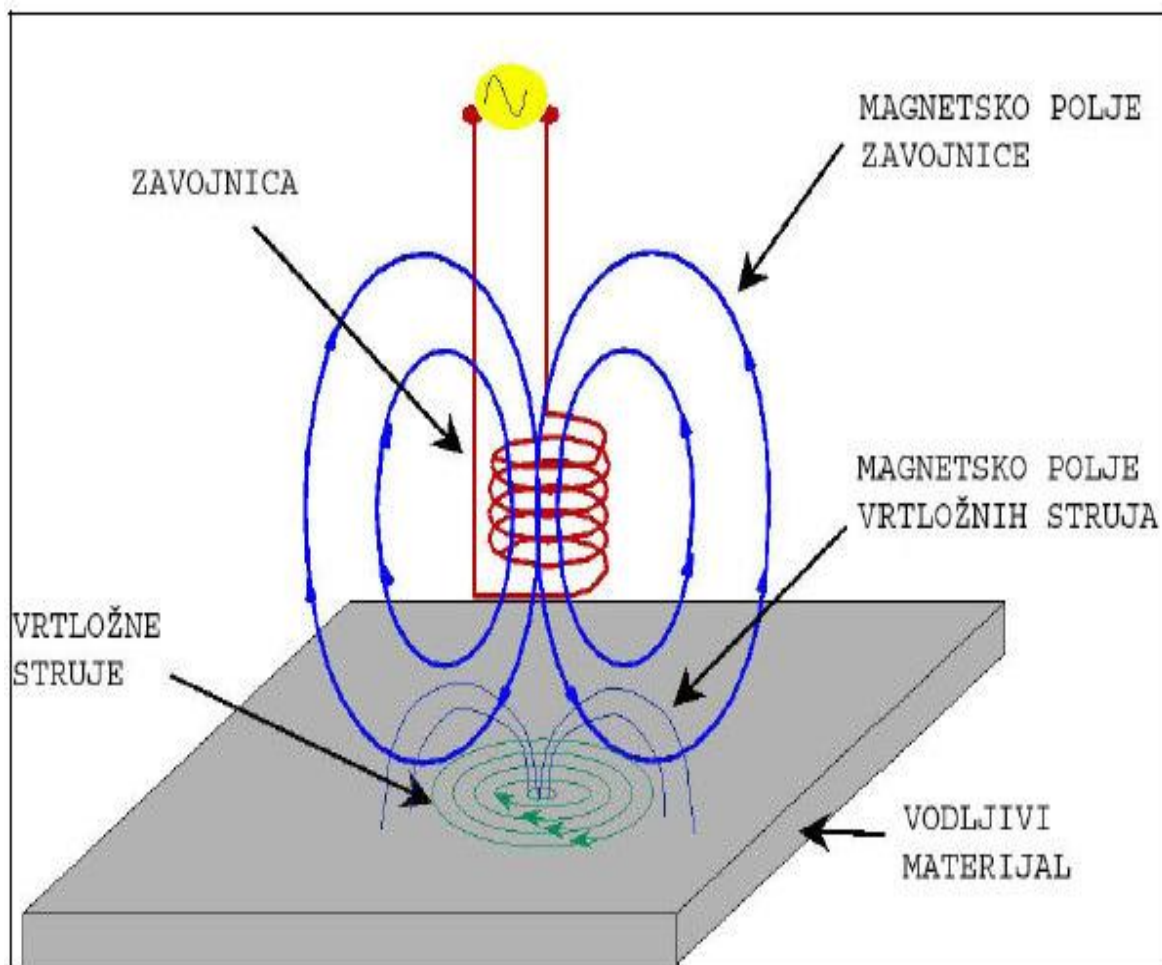
Mjerenje debljine prevlaka metodom vrtložnih struja (EC) temelji se na razlici u električnoj vodljivosti između prevlake i podloge. Metoda je posebno primjenjiva za mjerenja debljine većine oksidiranih prevlaka nastalih anodnim procesom, ali se ne može primjeniti na sve konverzijske prevlake, od kojih su neke pretanke da bi se izmjerile ovom metodom. Iako se teoretski metoda može koristiti za mjerenje debljine prevlaka na magnetskim osnovnim materijalima, njezina primjena za takve osnovne materijale nije preporučljiva. U takvim slučajevima preporučuje se magnetska metoda [5]. U općem slučaju ova metoda ima multifunkcionalnu primjenu:

Utvrdjivanje vodljivosti materijala (u svrhu klasifikacije materijala, detekcije toplinskih oštećenja...)

- Utvrđivanje permeabilnosti materijala,
- Utvrđivanje kemijskog sastava legura,
- Mjerenje debljina nevodljivih prevlaka na nemagnetičnim, vodljivim materijalima,
- Mjerenje debljine nemagnetičnih, vodljivih prevlaka na nevodljivim prevlakama,
- Mjerenje debljine nemagnetičnih metalnih prevlaka na nemagnetičnim metalima,
- Ispitivanje tankostijenih cijevi (detekcija oštećenja i različitih uključaka).

2.2.2.6.1. Osnovni principi metode vrtložnih struja

Pod utjecajem promjenljivog magnetskog polja u električki vodljivom materijalu induciraju se vrtložne struje (**slika 4.**). Prolaskom visokofrekventne izmjenične struje kroz vodič (npr. bakrena zavojnica) formira se magnetsko polje oko same zavojnice prema pravilu desne ruke. Ukoliko se u blizini tog vodiča nađe vodljivi materijal, magnetska indukcija će “propagirati” u isti [3].



Slika 4. Osnovni princip metode vrtložnih struja [3]

Vrtložne struje nastale u vodljivoj podlozi kreiraju svoju vlastitu impedanciju u zavojnici stvarajući visoko frekventno polje. Veličina promjene impedancije (odnosno napona zavojnice) funkcija je udaljenosti mjerne sonde od površine metala, odnosno debljine prevlake. Nevodljive prevlake predstavljaju “odmaknutost” između osnovnog metala i ispitne sonde. Ta “odmaknutost” izaziva gubitak u penetraciji vrtložnih struja u osnovni materijal i uzrokuje promjenu impedancije zavojnice sonde.

Dubina prodiranja vrtložnih struja u materijal funkcija je nekoliko parametara, prije svega svojstva materijala (vodljivost i permeabilnost materijala), faktora ispunjenja, frekvencije ispitivanja te kontakta između ispitne zavojnice i uzorka.

Jednadžba 2. prikazuje o čemu ovisi dubina penetracije:

$$\delta_0 = \frac{503}{\sqrt{f \cdot \sigma \cdot \mu_r}} \quad (2)$$

gdje je:

δ_0 – standardna dubina penetracije u mm,

f – frekvencija sonde u Hz,

μ_r – relativna permeabilnost (za nemagnetske materijale $\mu_r = 1$),

σ – električna provodnost vodiča, u MS/m (megasimens po metru).

Iz jednadžbe 2. vidljiva je obrnuto proporcionalna veza frekvencije i dubine penetracije. Faktor koji je mjerodavan za kvalitetan prijenos inducirane struje u materijal u obliku vrtložnih struja zove se faktor ispunjenja koji bi se za kvalitetna mjerenja trebao kretati u granicama od 0.8 do 0.99. Faktor ispunjenja izračunava se prema izrazu 3.

$$n = \frac{d^2}{D^2} \quad (3)$$

gdje je:

d – promjer zavojnice sonde (mm),

D – debljina stjenke (mm).

U slučaju da je faktor ispunjenja manji od 0.8 znaci da odabrani promjer zavojnice nije dovoljno velik te da nema dobrog magnetskog kontakta. Time nema niti vrtložnih struja za daljnje ispitivanje.

Frekvencije ispitivanja u pravilu se dijele u tri kategorije:

- niske frekvencije: 1 – 50 kHz
- srednje frekvencije: 50 – 500 kHz
- visoke frekvencije: preko 500 kHz

Uređaji za mjerenje debljine prevlake metodom vrtložnih struja slični su onima koji rade na principu elektromagnetske indukcije. Tipična preciznost takvih uređaja je $\pm 1\%$. Dostupni instrumenti koriste analogni, digitalni ili mikroprocesorski dizajn. Mnogi mikroprocesorski instrumenti nude dvostruku mogućnost za elektromagnetsku indukciju na feromagnetskim (F) i ne feromagnetskim (N) materijalima s instrumentom koji koristi princip vrtložnih struja i koji ima dva različita dizajna sonde.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu rada, za mjerenje debljine sloja korišten je uređaj “CTG-200C” (slika 5.) serije CTG-200. Uređaj funkcionira na principu magnetske indukcije i metode vrtložnih struja te je njime moguće mjeriti debljine slojeva na feromagnetskim i neferomagnetskim podlogama. Ako mjerimo debljinu na feromagnetskoj podlozi, pri paljenju uređaja ćemo stisnuti jedanput tipku za paljenje a ako mjerimo debljinu na neferomagnetskoj podlozi tada ćemo je pritisnuti dvaput. Na feromagnetskim podlogama (željezo i čelik) se mjere slojevi od nemagnetičnih materijala (boja ili zaštitne prevlake), dok se na neferomagnetskim podlogama (aluminij, kositar, titan...) mjere debljine slojeva nevodljivih materijala (anodne prevlake, boja ili plastika).



Slika 5. Uređaj CTG-200C

Mjerno područje uređaja kod obje mjerne tehnike je od 0 do 1500 μm . Uređaj CTG-200C je vrlo precizan, u rasponu 0-50 μm preciznost je $\pm 1 \mu\text{m}$ a u rasponu 50-1500 μm $\pm 2\%$. Specifikacije uređaja prikazane su u tablici III [7].

Tablica III: Specifikacije urađaja CTG-200C

Spec		CTG-200C		
Princip mjerenja		0...1500 μm		
		Mag. indukcija/Vrtložne struje		
Materijal podloge	Feromagnetna		✓	
	Neferomagnetna		✓	
Materijal prevlake	Nemagnetna		✓	
	Nevodljiva		✓	
Preciznost	Raspon 0,0...50,0 μm	+/- 1 μm		
	Raspon 50,0...1500 μm	+/- 2 %		
Rezolucija	0...99,9 μm	0,1 μm		
	100...1500 μm	1,0 μm		
Zaslon	Mjerna jedinica	Mikrometar / Mikron [μm]		
	Tip zaslona	LCD, 5 decimala, 12mm visine		
	Vrijeme ažuriranja	500 ms		
Memorija	Vrijednost kalibracije	✓		
	Zadnja vrijednost	✓		
Baterija	Količina / Tip	2 x 1,5V AAA		
	Trajanje	35 h		
Raspon temperature	Radna	0°...40° C		
	Skladištenje	-20°...70° C		
Masa	Uređaj s baterijama	≈ 100 g		
Dimenzije	LxWxH	80 x 80 x 30 mm		
Materijal kućišta		poliamid, ojačan staklenim vlaknima		

Rezultati mjerenja uspoređeni su s onima mjerenima uređajem Elcometer 456/4 (slika 6.)



Slika 6. Uređaj Elcometer 456/4

3.1. Mjerenje debljine prevlake magnetskom metodom

3.1.1. Plan mjerenja

Mjerenja debljina prevlaka magnetskom metodom (MT) provedena su na čeličnim pločicama dimenzija 150 x 100 x 5 (mm). Na ploču broj 1 (**slika 7.**) nanesen je jedan sloj organskog premaza očekivane debljine 150 μm . Na ploču broj 5 (**slika 8.**) nanесena su dva sloja ukupne očekivane debljine 250 μm .



Slika 7. Ploča broj 1



Slika 8. Ploča broj 5

Na svakoj čeličnoj ploči odabrane su tri proizvoljne točke mjerenja. Instrument je kalibriran putem tzv. “nulte kalibracije” i pomoću etalonskih listića. Tablica IV prikazuje korištene debljine etalonskih listića pri kalibraciji instrumenta za mjerenje ciljanih vrijednosti debljina prevlaka.

Tablica IV: Korištene debljine etalonskih listića za čelične ploče

Debljina etalonskog listića	Ciljana vrijednost debljine prevlake
126 μm	150 μm
243 μm	250 μm

Nakon kalibracije instrumenata na prvu očekivanu vrijednost od 150 μm , na ploči broj 1 izvršeno je pet uzastopnih mjerenja u točki 1, zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 2, i zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 3 sa svakim uređajem. Zatim su instrumenti kalibrirani za mjerenje sljedeće debljine sloja očekivane vrijednosti 250 μm , i na ploči broj 5 je provedeno pet uzastopnih mjerenja u točki 1, zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 2, i zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 3.

3.1.2. Kalibracija instrumenata

Kalibracija podešavanjem je postupak promjene, odnosno podešavanja očitavanja vrijednosti tako da na poznatom uzorku povećamo mjernu efikasnost obzirom na specifičnost oblika površine uzorka u njegovom mjernom području. Uvijek prije početka mjerenja uređaj se kalibrira putem tzv. “nulte kalibracije”. Pod pojmom “nulta kalibracija” podrazumijeva se mjerenje vrijednosti na nepremazanim dijelovima površina i postavljanje očitane vrijednosti instrumenta na nulu. Na taj način se kompenzira utjecaj stanja površine. Nakon “nulte kalibracije” uređaji se kalibriraju pomoću etalonskih listića (**slika 9.**). Etalonski listići su različitih debljina, a napravljeni su od plastičnih folija. Za kalibraciju se koristi listić čija debljina približno odgovara očekivanoj ili nazivnoj debljini premaza.



Slika 9. Etalonski listići

3.1.3. Rezultati mjerenja

Mjerenja su provedena sa dva različita uređaja, CTG-200 i Elcometer 456/4, a rezultati mjerenja prikazani su u tablicama V i VI.

Tablica V: Rezultati mjerenja uređajem CTG-200C

CTG-200C									
Ploča 1									
	1.	2.	3.	4.	5.	max.	min.	\bar{x}	s
T1	138	142	136	141	146	146	136	140,6	3,85
T2	121	116	112	116	115	121	112	116	3,24
T3	144	147	152	148	143	152	143	146,8	3,56
Ploča 5									
T1	271	264	272	281	269	281	264	271,4	6,19
T2	261	271	277	276	277	277	261	272,4	6,84
T3	278	274	262	262	263	278	262	267,8	7,63

Tablica VI: Rezultati mjerenja uređajem Elcometer 456/4

Elcometer 456/4									
Ploča 1									
	1.	2.	3.	4.	5.	max.	min.	\bar{x}	s
T1	141	136	135	136	137	141	135	137	2,35
T2	118	118	119	117	121	121	117	118,6	1,52
T3	144	146	139	142	142	144	139	142,6	2,61
Ploča 5									
T1	271	275	271	272	274	275	271	272,6	1,82
T2	256	268	259	259	268	268	256	262	5,61
T3	261	265	274	267	264	274	261	266,2	4,87

3.2. Mjerenje debljine prevlake metodom vrtložnih struja

3.2.1. Plan mjerenja

Mjerenja debljina prevlaka metodom vrtložnih struja (EC) provedena su na aluminijskim profilima dimenzija 200 x 100 x 50 (mm). Na profilu broj 1 (**slika 10.**) nanescna je prevlaka očekivane debljine 100 µm. Na profil broj 2 (**slika 11.**) također je nanescna prevlaka očekivane debljine 100 µm.



Slika 10. Profil broj 1



Slika 11. Profil broj 2

Na svakom aluminijskom profilu odabrane su tri proizvoljne točke mjerenja. Instrumenti su kalibrirani putem tzv. “nulte kalibracije” i pomoću etalonskih listića. Tablica VII prikazuje korištene debljine etalonskih listića pri kalibraciji instrumenta za mjerenje ciljanih vrijednosti debljina prevlaka.

Tablica VII: Korištene debljine etalonskih listića za aluminijske profile

Debljina etalonskog listića	Ciljana vrijednost debljine prevlake
101 μm	150 μm

Nakon kalibracije instrumenata na očekivanu vrijednost od 101 μm , na profilu broj 1 izvršeno je pet uzastopnih mjerenja u točki 1, zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 2, i zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 3 sa svakim uređajem. Nakon toga je i na profilu broj 2 provedeno pet uzastopnih mjerenja u točki 1, zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 2, i zatim pet uzastopnih mjerenja u točki 3.

3.2.2. Kalibracija instrumenata

Uređaj se kalibrira jednako kao kod mjerenja magnetskom metodom, putem tzv. “nulte kalibracije” i pomoću etalonskih listića, prikazanih na **slici 9**.

3.2.3. Rezultati mjerenja

Mjerenja su provedena sa dva različita uređaja, CTG-200 i Elcometer 456/4, a rezultati mjerenja prikazani su u tablicama VIII i IX.

Tablica VIII: Rezultati mjerenja uređajem CTG-200C

CTG-200C									
Profil 1									
	1.	2.	3.	4.	5.	max.	min.	\bar{x}	s
T1	88,8	88,9	89,1	88	87,8	89,1	87,8	88,52	0,58
T2	78,9	78,6	77,2	78,1	77,9	78,9	77,2	78,14	0,66
T3	89,1	89	88,8	89,4	86,6	89,4	86,6	88,58	1,13
Profil 2									
T1	91,8	94,9	94,9	94,1	92,5	94,9	91,8	93,64	1,42
T2	84,3	84,3	84,8	85,3	85,5	85,5	84,3	84,84	0,55
T3	86	85,7	85,4	85,5	85,5	86	85,4	85,62	0,24

Tablica IX: Rezultati mjerenja uređajem Elcometer 456/4

Elcometer 456/4									
Profil 1									
	1.	2.	3.	4.	5.	max.	min.	\bar{x}	s
T1	93,2	91,3	92,7	91,6	92,9	93,2	91,3	92,34	0,84
T2	81,9	83,5	83,5	83,9	83,2	83,9	81,9	83,2	0,77
T3	92,7	92,9	93,3	91,7	92,7	93,3	91,7	92,66	0,59
Profil 2									
T1	102	101	102	102	103	103	101	102	0,71
T2	91,8	88,7	89,4	88,7	90,5	91,8	88,7	89,82	1,33
T3	87,1	90,8	92,1	91,3	92,2	92,2	87,1	90,7	2,1

4. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada je usporedba dvaju uređaja za mjerenje debljine slojeva koji funkcioniraju na temelju magnetske metode i metode vrtložnih struja.

Temeljem prikaza utjecajnih čimbenika i principa metoda planirana su i provedena usporedbena mjerenja na pripremljenim uzorcima. Mjerenja metodom vrtložnih struja provedena su na aluminijskim profilima, dok su mjerenja magnetskom metodom provedena na čeličnim pločama.

Iz rezultata mjerenja je vidljivo da nema velikih odstupanja među uređajima ali valja spomenuti da je uređaj Elcometer 456/4 puno sofisticiraniji, moćniji i jednostavniji za korištenje.

LITERATURA

1. Kliškić, M., Vrsalovic, L.: *Tehnologija površinske zaštite*, Kemijsko – tehnološki fakultet u Splitu, Split, 2005
2. www.pfonline.com/articles/0206gf1.html
3. www.defelsko.com/technotes/coating_thickness_measurement.htm
4. HRN EN ISO 2178: 1999. – Nemagnetske prevlake na magnetskim podlogama – Mjerenje debljine prevlake – Magnetska metoda
5. Josip Vuković: Diplomski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.
6. HRN EN ISO 2360: 2003. – Nevodljive prevlake na nemagnetskim električnim vodljivim metalnim podlogama – Mjerenje debljine prevlake – Metoda vrtložnih struja
7. www.alluris.de/0_datenblatt/en/CTG-200C_EN.pdf
8. Dr. Herman John, Prof. Dr. G. Reiners, dipl.-phys. N. Siegel: „Charakterisierung dünner Schichten“, DIN-Fachbericht 39 (Berlin 1993.)